

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-371361

(43)Date of publication of application : 26.12.2002

(51)Int.Cl.

C23C 16/455  
H01L 21/205  
// H01L 33/00  
H01S 5/323

(21)Application number : 2001-182854

(71)Applicant : JAPAN PIONICS CO LTD  
TOKUSHIMA SANCO CO LTD

(22)Date of filing : 18.06.2001

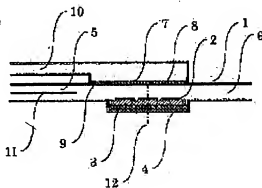
(72)Inventor : SAKAI SHIRO  
TAKAMATSU YUKICHI  
MORI YUJI  
WAN HON SHIN  
KOMIYA YOSHINAO  
KUREHA REIJI  
ISHIHAMA YOSHIYASU  
AMISHIMA YUTAKA  
SUZUKI YOSHIKI  
SASAKI KOJI

## (54) APPARATUS AND METHOD FOR VAPOR PHASE EPITAXY

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an apparatus and a method for vapor phase epitaxy, which can effectively grow a uniform semiconductor film having adequate crystallinity on a substrate through vapor phase epitaxy, both when performing vapor phase epitaxy on a large-scale substrate or simultaneously on several substrates, and when performing the vapor phase epitaxy set at high temperature, in a vapor phase epitaxy with the use of a horizontal type reaction tube.

SOLUTION: The apparatus for vapor phase epitaxy comprises a press-down-gas introducing portion on a wall part of a reaction tube facing to the substrate, and that at least one part of an upstream part in the source gas channel of the press-down-gas introducing portion feeds the press-down gas toward a downstream direction of the source gas channel, in an obliquely lower direction or in a horizontal direction. The method for vapor phase epitaxy includes feeding the press-down gas as well as feeding gas containing the source gas, into the above horizontal type reaction tube of the apparatus for vapor phase epitaxy.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-371361

(P2002-371361A)

(43) 公開日 平成14年12月26日 (2002.12.26)

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	チーエーエー (参考)
C 2 3 C 16/455		C 2 3 C 16/455	4 K 0 3 0
H 0 1 L 21/205		H 0 1 L 21/205	5 F 0 4 1
H 0 1 L 33/00		33/00	C 5 F 0 4 5
H 0 1 S 5/323	6 1 0	H 0 1 S 5/323	6 1 0 5 F 0 7 3

特許請求 未請求 請求項の数10 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願2001-182854 (P2001-182854)

(22) 出願日 平成13年6月18日 (2001.6.18)

(71) 出願人 000229601

日本バイオニクス株式会社

東京都港区西新橋1丁目1番3号

(71) 出願人 500570210

徳島陸軍工業株式会社

徳島県徳島市北田富一丁目8番74号

(72) 発明者 酒井 士郎

徳島県徳島市八万町中津造174番4号

(72) 発明者 高松 勇吉

神奈川県平塚市田村5181番地 日本バイオニクス株式会社平塚研究所内

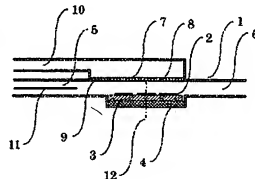
最終頁に続く

(54) 発明の名称 気相成長装置及び気相成長方法

(57) 要約

【課題】 筒形反応管を用いる気相成長において、大型の基板の気相成長あるいは複数枚の基板の同時気相成長を行なう場合であっても、気相成長温度を高温度に設定して気相成長を行なう場合であっても、基板上に均一で結晶性が良好な半導体膜を効率よく気相成長させることができる気相成長装置あるいは気相成長方法を提供する。

【解決手段】 基板と対向する反応管壁部に押圧ガス導入部を備え、この押圧ガス導入部の原料ガス流路上述側部分の少なくとも一部が、押圧ガスを原料ガス流路の下流側方向へ向かって斜め下方向または水平方向に供給するように構成された気相成長装置とする。また、前記気相成長装置の筒形反応管内に、原料ガスを含むガスを供給するとともに押圧ガスを供給して気相成長させる。



特開2002-371361

(2)

【特許請求の範囲】

【請求項1】 基板を載せるためのサセブタ、該基板を加熱するためのヒーター、原料ガスの反応室内への供給方向が該基板に実質的に平行となるように配置された原料ガス導入部、及び反応ガス排出部を有するとともに、該基板と対向する反応室壁部に押圧ガス導入部を備えた筒形反応室からなる半導体膜の気相成長装置であって、該押圧ガス導入部の原料ガス流路上流側部分の少なくとも一部が、押圧ガスを原料ガス流路の下流側方向へ向かって斜め下方または水平方向に供給する構成であることを特徴とする気相成長装置。

【請求項2】 押圧ガス導入部の表面が、円形または楕円形の形状で形成される請求項1に記載の気相成長装置。

【請求項3】 押圧ガスを原料ガス流路の下流側方向へ向かって斜め下方または水平方向に供給する押圧ガス導入部の上流側部分が、半円形、弓形、扇形、凸レンズ形、または三日月形の形状で形成される部分である請求項1に記載の気相成長装置。

【請求項4】 サセブタが複数枚の基板を載せる構成である請求項1に記載の気相成長装置。

【請求項5】 サセブタが4 inch以上的大型基板を載せる構成である請求項1に記載の気相成長装置。

【請求項6】 原料ガス導入部のガス流路が、仕切板またはノズルにより上下方向に区切られた構成である請求項1に記載の気相成長装置。

【請求項7】 原料ガス導入部の上部ガス流路が、トリメチルガリウム、トリエチルガリウム、トリメチルインジウム、トリエチルインジウム、トリメチルアルミニウム、またはトリエチルアルミニウムを含むガスを供給するための流路で、下部ガス流路が、アンモニア、モノメチルヒドランジ、ジメチルヒドランジ、トリメチルヒドランジ、またはトリメチルアミンを供給するための流路である請求項1に記載の気相成長装置。

【請求項8】 基板を筒形反応室内のサセブタに載せ、該基板をヒーターで加熱し、該基板に実質的に平行な方向から原料を含むガスを供給するとともに、該基板と対向する反応室壁部に備えた押圧ガス導入部から押圧ガスを供給して、該基板に半導体膜を気相成長させる方法であって、該押圧ガス導入部の原料ガス流路上流側部分から供給される少なくとも一部の押圧ガスを、原料ガス流路の下流側方向へ向かって斜め下方または水平方向に供給して気相成長させることを特徴とする気相成長方法。

【請求項9】 基板の最高加熱温度が1000℃以上である請求項8に記載の気相成長方法。

【請求項10】 気相成長が、トリメチルガリウム、トリエチルガリウム、トリメチルインジウム、トリエチルインジウム、トリメチルアルミニウム、またはトリエチルアルミニウムをII族金属源とし、アンモニア、モノ

メチルヒドランジ、ジメチルヒドランジ、トリメチルヒドランジ、またはトリメチルアミンを金属源とする窒化ガリウム系化合物半導体の気相成長である請求項8に記載の気相成長方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、半導体膜の気相成長装置及び気相成長方法に関し、さらに詳細には、原料ガスの反応室内への供給方向が基板に実質的に平行となるように配置された筒形反応室のガス導入部から原料ガスを導入して、加熱された基板上に均一に結晶性の良好な半導体膜を効率よく気相成長させる気相成長装置及び気相成長方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 近年、窒化ガリウム系化合物半導体が、発光ダイオードやレーザーダイオード等の素子として、光通信分野を中心に急速に需要が高まっている。窒化ガリウム系化合物半導体の製造方法としては、例えばトリメチルガリウム、トリメチルインジウム、またはトリメチルアルミニウム等の有機金属ガスをII族金属源として、アンモニアを窒素源として用い、あらかじめ反応室内にセットされたサファイア等の基板に窒化ガリウム系化合物の半導体膜を気相成長させて成膜する方法が知られている。

【0003】 また、前記窒化ガリウム系化合物半導体を製造するための装置としては、基板を載せるためのサセブタ、基板を加熱するためのヒーター、原料ガスの反応室内への供給方向が基板に平行となるように配置された原料ガス導入部、及び反応ガス排出部を備えた筒形反応室からなる気相成長装置がある。この筒形反応室を有する気相成長装置においては、基板を反応室内のサセブタに載せ、ヒーターで加熱した後、基板に平行な方向から原料を含むガスを供給することにより、基板上に半導体膜を気相成長させて成膜する構成となっている。

【0004】 このような筒形反応室においては、基板付近の対流により原料ガスが拡散し効率よく基板に到達しないため、均一に結晶性が良好な半導体膜が得られない。あるいは成長速度が遅いという問題点があった。しかし、近年において、基板と対向する反応室壁に押圧ガス導入部を設けて、キャリアガス等の反応に影響を与えない押圧ガスを基板と垂直方向に反応室内に供給し、原料ガスの流れを基板に吹付ける方向に調整させることにより、結晶性の良好な半導体膜が得られるとされている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、前記の気相成長装置あるいは気相成長方法においては、直交するガス流、すなわち原料を含むガスと押圧ガスが基板上

(3)

特開2002-371361

4

で混合されるため、ガス流に乱れが生じやすく制御が困難な場合があった。例えば、大型の基板の気相成長あるいは複数枚の基板の同時気相成長を行なう場合は、基板上の広範囲にわたって均一な温度で原料ガスを供給することは困難であった。また、前述のトリメチルガリウム、トリメチルインジウム、またはトリメチルアルミニウムを原料として用いた気相成長においても、基板の加熱温度として1000℃以上の高温が必要であるため、基板上では複雑なガス流となりこれを制御することは難しくなった。

【0006】従って、本発明が解決しようとする課題は、横形反応室を用いる気相成長において、大型の基板の気相成長あるいは複数枚の基板の同時気相成長を行なう場合であっても、気相成長温度を高温に設定して気相成長を行なう場合であっても、基板上に均一で結晶性が良好な半導体膜を効率よく気相成長させることができる気相成長装置あるいは気相成長方法を提供することである。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、これらの課題を解決すべく鋭意検討した結果、押圧ガス導入部の原料ガス流路上流側部分から供給される押圧ガスの少なくとも一部を、原料ガス流路の下流側方向へ向かって斜め下方または水平方向に供給することにより、原料を含むガスと押圧ガスが基板上で混合されることによるガス流の乱れを緩和できることを見出し本発明に到達した。

【0008】すなわち本発明は、基板を載せるためのサセブタ、該基板を加熱するためのヒーター、原料ガスの反応室内への供給方向が該基板に実質的に平行となるように配設された原料ガス導入部、及び反応ガス排出部を有するとともに、該基板と対向する反応管壁部に押圧ガス導入部を備えた横形反応室からなる半導体膜の気相成長装置であって、該押圧ガス導入部の原料ガス流路上流側部分の少なくとも一部が、押圧ガスを原料ガス流路の下流側方向へ向かって斜め下方または水平方向に供給する構成であることを特徴とする気相成長装置である。

【0009】また、本発明は、基板を横形反応室内のサセブタに載せ、該基板をヒーターで加熱し、該基板に実質的に平行な方向から原料を含むガスを供給するとともに、該基板と対向する反応管壁部に備えた押圧ガス導入部から押圧ガスを供給して、該基板に半導体膜を気相成長させる方法であって、該押圧ガス導入部の原料ガス流路上流側部分から供給される少なくとも一部の押圧ガスを、原料ガス流路の下流側方向へ向かって斜め下方または水平方向に供給して気相成長させることを特徴とする気相成長方法である。

【0010】

【発明の實施の形態】本発明の気相成長装置及び気相成長方法は、基板を横形反応室内のサセブタに載せ、ヒ

ターで加熱した後、基板に平行な方向から原料ガスを含むガスを供給するとともに、基板と対向する反応管壁部に備えた押圧ガス導入部から押圧ガスを供給することにより、基板上に半導体膜を気相成長させて成膜する気相成長装置及び気相成長方法に適用される。

【0011】本発明の気相成長装置は、押圧ガス導入部の原料ガス流路上流側部分の少なくとも一部が、押圧ガスを原料ガス流路の下流側方向へ向かって斜め下方または水平方向に供給する構成の気相成長装置である。また、本発明の気相成長方法は、押圧ガス導入部の原料ガス流路上流側部分から供給される少なくとも一部の押圧ガスを、原料ガス流路の下流側方向へ向かって斜め下方または水平方向に供給して気相成長させる気相成長方法である。

【0012】本発明の気相成長装置及び気相成長方法においては、基板の種類、大きさ、数量、あるいは原料ガスの種類、流量等には特に限定されることはない、しかし、基板については、特に4 inch以上の大型基板の気相成長あるいは6枚の基板の同時気相成長等を行なう場合に、基板上の広範囲にわたって熱対流によるガスの乱れ及び原料ガスの拡散を軽減できる点で本発明の効果を充分に発揮させることができる。尚、基板の種類としては、サファイア、SiC、バルクガリウムナイトライド等を例示することができる。

【0013】また、原料ガスの種類については、特に基板の加熱温度を1000℃以上とする必要がある気相成長を行なう場合に、基板上の急激な熱対流によるガスの乱れ及び原料ガスの拡散を軽減できる点で本発明の効果を充分に発揮させることができる。このような原料を使用する気相成長としては、トリメチルガリウム、トリエチルガリウム、トリメチルインジウム、トリエチルインジウム、トリメチルアルミニウム、またはトリエチルアルミニウムをII族金属元素として、マンガン、セレン、チタン、ヒドラジン、ジメチルヒドラジン、テトラブチルヒドラジン、またはトリメチルアミンを遷移元素とする窒化ガリウム系化合物半導体の気相成長を例示することができる。

【0014】以下、本発明の気相成長装置を、図1乃至図3に基づいて詳細に説明するが、本発明がこれらにより限定されるものではない。図1は本発明の気相成長装置の一例を示す垂直断面図である。本発明の気相成長装置は図1のように、基板2、基板を保持し回転させるためのサセブタ3、基板を加熱するためのヒーター4、原料ガスの反応室内への供給方向が基板に実質的に平行となるように配設された原料ガス導入部7、及び反応ガス排出部8を有するとともに、基板と対向する反応管壁部に押圧ガス導入部7を備えた横形反応室1からなり、押圧ガス導入部7の原料ガス流路上流側部分の少なくとも一部(9)が、原料ガス流路の下流側方向へ向かって斜め下方または水平方向に押圧ガスが供給されるように

(4)

特開2002-371361

5

設定された気相成長装置である。

【0015】本発明の気相成長装置において、押圧ガス導入部7は、原料ガスを含むガスの流れがヒーターによる熱の影響を受ける位置に設定される。従って、押圧ガス導入部7の設置位置は、原料ガスを含むガスの流量、ヒーターの位置、気相成長速度、筒形反応室の大きさ、形状等により一般に限定することはできないが、通常は押圧ガス導入部の中心が、サセプタの中心に対応する位置12の近辺となるように設けられる。また、押圧ガス導入部の表面（あるいは原料ガス流路方向における断面）は、通常は円形または楕円形であり、その面積はサセプタの原料ガス流路方向における断面積の0.5～5倍程度である。

【0016】本発明のような筒形反応室を用いて半導体膜の気相成長を行なう際は、押圧ガス導入部から反応室内に押圧ガスを供給することが好ましいが、押圧ガスの流量が少ない場合は、基板付近の熱対流による原料ガスの拡散を防止する効果が少なくなり、押圧ガスの流量が多い場合は、基板上的半導体膜の気相成長に悪影響を与える虞があった。しかし、本発明においては、原料ガス流路上流側部分の押圧ガスを原料ガス流路の下流側方向へ向かって斜め下方または水平方向に供給するので、前記のような虞が解消され、基板上に均一で結晶性が良好な半導体膜を効率よく気相成長させることができる。

【0017】図2は、本発明の気相成長装置において、押圧ガスを原料ガス流路の下流側方向へ向かって斜め下方または水平方向に供給するように設定された押圧ガス導入部9の構成例を示す断面図である。本発明においては、押圧ガスを斜め下方または水平方向に供給するために用いられる器具、押圧ガス導入部のガス吹出口の構造等について特に制限されることはないが、例えば図2（A）（B）に示すようにガス吹出口に器具13を装着したり、図2（C）に示すようなガス吹出口の構造とされる。尚、押圧ガス導入部9においては、ガス吹出口は全て押圧ガスを斜め下方または水平方向に供給する構成とする必要はなく、例えば図2（D）に示すように押圧ガスを基板に向かって下方に供給するガス吹出口と併せて設定することもできる。

【0018】図3は、本発明の気相成長装置の押圧ガス導入部において、押圧ガスを斜め下方または水平方向に供給するガス吹出口が設けられる部分の例を示す図である。（図3において原料ガスの流路方向は左から右方向である。）本発明の気相成長装置において、前述のように設定されたガス吹出口の設定部分は、図3（A）に示すように押圧ガス導入部を上流側と下流側に二分した半円形うちの斜側部分のほか、例えば図3（B）のように弓形、（C）のように扇形、（D）のように凸レンズ形、または（E）のように三日月形の形状の斜側で示される部分とすることもできる。

【0019】また、図3（F）のように、押圧ガスの供

6

給方向を上流側から下流側に向かって水平方向から垂直方向に段階的に変えた分布や連続的に変えた分布とすることもできる。さらに、押圧ガスを斜め下方または水平方向に供給するガス吹出口の割合を、段階的に変えた分布や連続的に変えた分布とすることもできる。このように設定することにより、原料ガス流路の上流側から下流側へ向かって、押圧ガスの供給方向を、水平方向から下方に徐々に変更させることが可能である。

【0020】尚、本発明の気相成長装置においては、通常は図1に示すように、押圧ガスを斜め下方または水平方向に供給する押圧ガス導入部9は、押圧ガスを基板に向かって下方に供給する押圧ガス導入部8と隣接して設けられるが、これに限定されることなく、例えば押圧ガスを斜め下方または水平方向に供給する押圧ガス導入部9を押圧ガスを基板に向かって下方に供給する押圧ガス導入部8と分離して、1～5cm原料ガス流路の上流側に設けることもできる。

【0021】また、本発明の気相成長装置における押圧ガス導入部の構成材料としては、特に制限されることはないが、通常は原料ガスの分解生成物または反応生成物が析出にくい石英製の微多孔板が使用される。微多孔の孔径は特に制限されることはないが、目が粗い場合には微多孔部からのガスの流出が均一に行われない弊があり、一方細かすぎる場合には圧力損失が大きくなり所望のガス流量が得られないことから、通常は0.1～3mm程度の範囲内であり、好ましくは0.3～2mm程度の範囲内である。

【0022】本発明における押圧ガス導入部の構成は、原料ガス導入部のガス供給口がついてある構造的気相成長装置、あるいは原料ガス導入部のガス流路が、切欠板またはノズルにより上下方向に区切られた構成である気相成長装置のいずれにも適用することができる。切欠板またはノズルにより上下方向に区切られた構成の例としては、原料ガス導入部の上部ガス流路が、トリメチルガリウム、トリエチルガリウム、トリメチルインジウム、トリエチルインジウム、トリメチルアルミニウム、またはトリエチルアルミニウムを含むガスを含むガスを送るための流路で、下部ガス流路が、アンモニア、モノメチルヒドラジン、ジメチルヒドラジン、トリメチルヒドラジン、またはトリメチルアミンを供給するための流路である気相成長装置を挙げることができる。

【0023】次に、本発明の気相成長方法について詳細に説明する。本発明の気相成長方法は、前述の本発明の気相成長装置を用いて、基板に実質的に平行な方向から原料ガスを含むガスを供給するとともに、基板と対向する反応室壁部に備えた押圧ガス導入部から押圧ガスを供給して、基板に半導体膜を気相成長させる方法であり、押圧ガス導入部の原料ガス流路上流側部分から供給される少なくとも一部の押圧ガスを、原料ガス流路の下流側方向へ向かって斜め下方または水平方向に供給して気相成

(5)

特開2002-371361

8

長させる気相成長方法である。

〔0024〕本発明の気相成長方法において、押圧ガス導入部から供給される押圧ガスの流量は、基板付近の熱対流による原料ガスの拡散を抑制することができるように、基板上の半導体膜の気相成長に悪影響を与えないように制御されるが、好ましくは原料ガス導入部から供給された原料ガスを含むガスの方向が変更されることなく、基板上を通過するように制御される。従って、押圧ガスの供給方向及び流量は、ヒーターの位置、気相成長速度、熱反応管の大きさ、形状等により一様に限定することはできないが、通常、押圧ガスの原料ガス流路上述側部分の平均供給方向は、原料ガス流路方向に対して15°〜75度であり、押圧ガス流量は基板面の面積に等しい大きさ当りの平均流量として、原料ガスを含む原料ガスの1/30〜1/3、好ましくは1/10〜1/4程度である。ここで基板面とは、気相成長操作中に基板の端面が露く最外側の軌跡に囲まれた面積を意味するものである。尚、本発明の気相成長方法で使用される押圧ガスとしては、気相成長反応に影響がないものであれば特に制限されることなく、ヘリウム、アルゴン等の不活性ガスのほか、水素、窒素等も使用し得る。

〔0025〕本発明の気相成長方法により気相成長を行なう際は、基板上に均一な半導体膜を効率よく気相成長させるために、基板を回転及び/または公転させることが好ましい。また、本発明の気相成長方法は、基板の最高加熱温度が600℃程度の比較的低い温度の気相成長から1000℃以上の比較的高い温度の気相成長まで幅広く適用することができる。本発明の気相成長方法における熱反応管内の圧力は、常圧のほか、減圧乃至0.1MPa/cm<sup>2</sup>Gのような加圧下とすることも可能である。

〔0026〕本発明において原料ガスとは、結晶成長の際に、結晶成長元素として結晶中に取り込まれる元素の供給源となるガスを意味するものである。このような気相成長用の原料ガスとしては、目的とする半導体膜によって異なり、例えばアルシン、ホスフィン、シラン等の金属水素化合物、トリメチルガリウム、トリメチルインジウム、トリメチルアルミニウム等の有機金属化合物、アンモニア、ヒドラジン、アルキルアミン等が用いられる。また、原料ガスを含むガスとしては、上記原料ガスが水素、ヘリウム、アルゴン、窒素などのガスによって希釈されて供給されるガスを用いることができる。

〔0027〕

〔実施例〕次に、本発明を実施例により具体的に説明するが、本発明がこれらにより限定されるものではない。

〔0028〕実施例1

(気相成長装置の製作) 図1に示す気相成長装置と同様の構成であって、石英製の熱反応管(内寸法で、幅280mm(押圧ガス導入部)、高さ20mm、長さ1500mm)からなる気相成長装置を製作した。サセツ

及びヒーターは、外径280mmの円筒状で、直径2インチの基板1枚をサセツタの中心部、5枚をサセツタの周辺部に等間隔でセツトして、6枚を同時に処理できるものとした。

〔0029〕また、表面が円形の押圧ガス導入部として、図2(B)に示すような円形部分が押圧ガスを水平方向に供給するように構成された石英ガラス焼結体からなるもの(円形部分の面積は押圧ガス導入部全体の1/10)を製作した。尚、押圧ガス導入部の単位面積当りの押圧ガス供給量は、いずれの箇所においても均等になるように設定した。また、押圧ガス導入部の幾多孔部の面積は、基板面の面積の2倍であった。

〔0030〕(気相成長実験) この装置を用いて、以下のように直径2インチのサファイヤ基板上にGaNの結晶成長を行なった。サファイヤ基板をサセツタ上にセツトし、反応室内を水素ガスで置換した後、原料ガス導入部の上部ガス流路から水素5L/minを供給するとともに、押圧ガス導入部の幾多孔部を介して水素ガス20L/minを供給しながら基板を1150℃に加熱し、基板の加熱時間を10分間行なった。

〔0031〕次に、基板の反応温度を600℃に下げ安定するまで放置した。続いてガス導入部の下部ガス流路からアンモニアと水素の混合ガス(アンモニア40L/min、水素10L/min)を供給し、上部ガス流路からはトリメチルガリウムを含む水素ガス(トリメチルガリウム240μmol/min、水素50L/min)を供給した。また、同時に押圧ガス導入部を介して窒素ガス50L/minを供給し、GaNの低温度気相成長を5分間行なった。

〔0032〕低温度成長層形成後、トリメチルガリウムの供給を停止し温度を1100℃まで上げて安定するまで放置した。次に上部ガス流路から再度トリメチルガリウムを含む水素ガス(トリメチルガリウム240μmol/min、水素50L/min)を供給するとともに、引続き幾多孔部を介して窒素ガス50L/minを供給し、GaNの気相成長を60分間行なった。この間、サセツタを毎分12回転させるとともに基板も毎分3回転させた。このようにして、気相成長を5回繰り返した。

〔0033〕(GaN膜の評価等) 気相成長終了後、基板と対向する反応管壁に固形物の付着があるか否か調査した。その結果、固形物の付着は認められなかった。また、基板を取り出しGaNの膜厚分布を測定して均一性を評価した。気相成長中基板は自転しているので、膜厚分布は基板の中心から端に向かう分布を測定した。サセツタの中心部に設置した1枚の基板及び周辺部に設置した5枚の基板について膜厚及びその変動幅(最大値-最小値)/平均値)を測定した結果を図1に示す。さらに、成長した膜の結晶品質及び電気的特性を評価するために、6枚の基板についてX線回折(〔002〕面の半

9

(5)

特開2002-371361

10

錯端)及びホール測定(移動度)を行なった結果を表1に示す。尚、周辺部の基板の数値は5枚の平均値であり、実施例2以降もこれと同様である。

#### [0034] 実施例2

実施例1の気相成長装置における押圧ガス導入部を、図2(D)に示すような凸レンズ形部分が押圧ガスを水平方向に供給するように構成された石英ガラス焼結体からなるもの(凸レンズ形部分は、押圧ガス導入部の円周の外側に中心を持つ押圧ガス導入部と同じ大きさの円の軌跡と、押圧ガス導入部の円周で囲まれた形状、凸レンズ形部分の面積は押圧ガス導入部全体の1/10)に替えたばは実施例1と同様な気相成長装置を製作した。この気相成長装置を使用したばは実施例1と同様にして気相成長実験及びGaNの評価等を行なった。その結果を表1に示す。

#### [0035] 実施例3

実施例1の気相成長装置における押圧ガス導入部を、弓形部分の面積が2倍であるとともに、押圧ガスを水平方向に対して45度に供給するように構成された石英ガラス焼結体からなるものに替えたばは実施例1と同様な気相成長装置を製作した。この気相成長装置を使用したばは実施例1と同様にして気相成長実験及びGaNの

\*の評価等を行なった。その結果を表1に示す。

#### [0036] 実施例4

実施例1の気相成長装置における押圧ガス導入部を、図2(F)に示すように押圧ガスの供給方向を上流側から下流側に向かって水平方向から垂直方向に段階的に変えて供給するように構成された石英ガラス焼結体からなるもの(押圧ガスの供給方向は各々水平方向に対して60度、30度、面積は各々押圧ガス導入部全体の1/10)に替えたばは実施例1と同様な気相成長装置を製作した。この気相成長装置を使用したばは実施例1と同様にして気相成長実験及びGaNの評価等を行なった。その結果を表1に示す。

#### [0037] 比較例1

実施例1の気相成長装置における押圧ガス導入部を、全体にわたり押圧ガスを基板に向かって下方方向に供給するように構成された石英ガラス焼結体からなるものに替えたばは実施例1と同様な気相成長装置を製作した。この気相成長装置を使用したばは実施例1と同様にして気相成長実験及びGaNの評価等を行なった。その結果を表1に示す。

#### [0038]

#### [表1]

	押圧ガス 導入部	押圧ガス 供給方向	基板 位置	膜厚 [μm]	変動幅 (%)	下伏傾 [arcsec]	移動度 (cm <sup>2</sup> /vs)	図形物 の付着
実施例1	図2(B) (1/10)	水平方向	中心	1.21	1	318	201	無
			周辺	1.15	2	309	207	
実施例2	図2(D) (1/10)	水平方向	中心	1.23	1	280	209	無
			周辺	1.31	1	272	202	
実施例3	図2(F) (1/5)	45度	中心	1.13	2	321	192	無
			周辺	1.09	1	326	201	
実施例4	図2(F) (1/5)	30、60度	中心	1.32	1	271	215	無
			周辺	1.26	1	277	213	
比較例1		垂直方向	中心	0.93	2	350	183	有
			周辺	0.86	2	366	188	

※押圧ガス導入部周の下の数値は押圧ガスを斜め下方または水平方向に供給する部分の面積比を意味する

[0039] 以上の結果から、本発明の気相成長装置及び気相成長方法により、1000℃以上の温度を必要とするGaNの気相成長において、サブストラの中心部または周辺部に異なる位置に影響されることなく、均一で優れた電気的特性を有するGaN膜が得られていることが認められた。

#### [0040]

【発明の効果】本発明の気相成長装置及び気相成長方法により、筒形反応管を用いる気相成長において、大型の基板の気相成長あるいは複数枚の基板の同時気相成長を行なう場合であっても、高温度で気相成長を行なう場合であっても、基板上に均一で結晶性が良好な半導体膜を効率よく気相成長させることが可能となった。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の気相成長装置の一側を示す垂直断面図

【図2】押圧ガスを斜め下方または水平方向に供給する押圧ガス導入部の構成例を示す垂直断面図

【図3】押圧ガスを斜め下方または水平方向に供給する押圧ガス導入部と押圧ガスを基板に向かって下方方向に供給する押圧ガス導入部の分布例を示す水平断面図

【符号の説明】

- 1 筒形反応管
- 2 基板
- 3 サブストラ
- 4 ヒーター
- 5 原料ガス導入部
- 6 反応ガス排出部
- 7 押圧ガス導入部
- 8 押圧ガスを基板に向かって下方方向に供給する押圧ガス導入部



(7)

特開2002-371361

11

12

9 押圧ガスを斜め下方または水平方向に供給する押圧ガス導入部

\* 11 仕切板

12 サセブタの中心に対応する位置

9a 押圧ガスを水平に近い方向に供給する押圧ガス導入部

13 押圧ガスを斜め下方または水平方向に供給するための器具

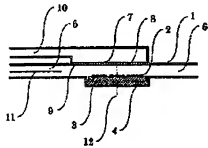
9b 押圧ガスを斜め下方方向に供給する押圧ガス導入部

14 押圧ガス吹出し口

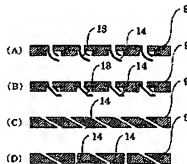
10 押圧ガス供給管

\*

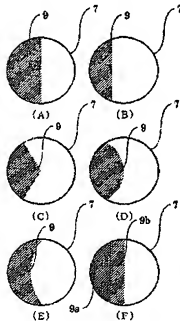
【図1】



【図2】



【図3】



フロントページの続き

(72)発明者 森 勇次  
神奈川県平塚市田村5381番地 日本バイオ  
ニクス株式会社平塚工場内

(72)発明者 ワンホンシン  
徳島県徳島市南宮三島町2番1号 徳島大  
学工学部内

(8)

特開2002-371361

(72)発明者 小宮 由直  
 神奈川県平塚市田村5181番地 日本バイオ  
 ニクス株式会社平塚工場内

(72)発明者 梶羽 れいじ  
 神奈川県平塚市田村5181番地 日本バイオ  
 ニクス株式会社平塚工場内

(72)発明者 石渡 義康  
 神奈川県平塚市田村5181番地 日本バイオ  
 ニクス株式会社平塚研究所内

(72)発明者 鍋島 豊  
 神奈川県平塚市田村5181番地 日本バイオ  
 ニクス株式会社平塚研究所内

(72)発明者 鈴木 善己  
 神奈川県平塚市田村5181番地 日本バイオ  
 ニクス株式会社平塚工場内

(72)発明者 佐々木 幸次  
 徳島県徳島市南常三島町2番1号 徳島大  
 学工学部内

Fターム(参考) 4K030 A4D9 A411 A413 B408 B438  
 CA05 CA11 EA05 EA06 FA10  
 GA02 JA10 KA09  
 5F041 AA40 CA40 CA46 CA55  
 5F045 AA04 AB14 AG08 AG09 AC12  
 BB02 BB03 CA10 CA12 DP04  
 DQ06 EB02 EF01 EF13 EN02  
 5F073 CA02 CB02 CB05 DA05

L Number	Hits	Search Text	DB	Time stamp
1	2	us-20030015137-\$,did.	USPAT; US-PGPUB; EPO; JPO; DERWENT; IBM_TDB	2004/03/04 11:05
2	676	Sakai-Shiro.in. or Takamatsu-Yukichi.in. or Mori-Yuji.in. or Wang-Hong-Xing.in. or Komiya-Yoshinao.in. or Kureha-Reiji.in. or Ishihama-Yoshiyasu.in. or Amijima-Yutaka.in.	USPAT; US-PGPUB; EPO; JPO; DERWENT; IBM_TDB	2004/03/04 11:07
3	51	(Sakai-Shiro.in. or Takamatsu-Yukichi.in. or Mori-Yuji.in. or Wang-Hong-Xing.in. or Komiya-Yoshinao.in. or Kureha-Reiji.in. or Ishihama-Yoshiyasu.in. or Amijima-Yutaka.in.) and (CVD or "chemical vapor deposition")	USPAT; US-PGPUB; EPO; JPO; DERWENT; IBM_TDB	2004/03/04 11:08

L Number	Hits	Search Text	DB	Time stamp
9	309	118/\$.ccls. and ((deflect\$3 or blades) with gas)	USPAT	2004/03/02 16:18
10	2688	((deflect\$3 or blades) with gas) and (wafer or substrate)	USPAT; US-PGPUB; EPO; JPO; DERWENT; IBM, TDB	2004/03/02 16:19
11	904	((deflect\$3 or blades) near2 gas) and (wafer or substrate)	USPAT; US-PGPUB; EPO; JPO; DERWENT; IBM, TDB	2004/03/02 16:26
12	119	((deflect\$3 or blades) near2 gas) and (wafer or substrate)) and reactor	USPAT; US-PGPUB; EPO; JPO; DERWENT; IBM, TDB	2004/03/02 16:21
13	27	((deflect\$3 or blades) with gas) and (wafer or substrate)) and MOCVD	USPAT; US-PGPUB; EPO; JPO; DERWENT; IBM, TDB	2004/03/02 16:21
14	466	((deflect\$3 or fins) near2 gas) and (wafer or substrate)	USPAT; US-PGPUB; EPO; JPO; DERWENT; IBM, TDB	2004/03/02 16:35
15	0	(veins near2 gas) and (wafer or substrate)	USPAT; US-PGPUB; EPO; JPO; DERWENT; IBM, TDB	2004/03/02 16:35
16	8	(veins near2 gas) and (wafer or substrate)	USPAT; US-PGPUB; EPO; JPO; DERWENT; IBM, TDB	2004/03/02 16:35
17	6	(veins with gas) and (wafer or substrate) not ((veins near2 gas) and (wafer or substrate))	USPAT; US-PGPUB; EPO; JPO; DERWENT; IBM, TDB	2004/03/02 16:36
18	5	118/\$.ccls. and veins and (wafer or substrate) not ((veins near2 gas) and (wafer or substrate))	USPAT; US-PGPUB; EPO; JPO; DERWENT; IBM, TDB	2004/03/02 16:37
19	23	156/\$.ccls. and veins and (wafer or substrate) not ((veins near2 gas) and (wafer or substrate))	USPAT; US-PGPUB; EPO; JPO; DERWENT; IBM, TDB	2004/03/02 16:38
20	145	(156/\$.ccls. or 118/\$.ccls.) and (baffles with gas) and (wafer or substrate) not ((veins near2 gas) and (wafer or substrate))	USPAT; US-PGPUB; EPO; JPO; DERWENT; IBM, TDB	2004/03/02 16:39

20030015137 -10/170,437 (filed 6/14/2)